

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—163702

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
H 01 B 1/22  
C 04 B 37/00

識別記号

庁内整理番号  
6762—5E  
6625—4G

⑭ 公開 昭和55年(1980)12月20日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 耐熱導電性接着方法

⑯ 発明者 高橋正吉

春日井市白山町1856—10中央台  
団地209の103

⑰ 特 願 昭54—70609

⑱ 出 願 昭54(1979)6月7日

⑲ 出 願 人 東海高熱工業株式会社

⑳ 発 明 者 中園定敏

東京都千代田区内神田3丁目5  
番1号

名古屋市南区岩戸町3—24岩戸  
社宅402

明 細 書

1. 発明の名称 耐熱導電性接着方法

2. 特許請求の範囲

セラミックスどうしを導電性接着する方法において、Mo, W, Cr, Ta, Nb, V, Zr, Ti, の群の中から、少くとも一つの金属硅化物粉末又はこれら金属粉末と金属硅素の混合物を、直径150 μm以下の粉末とし、この粉末と有機バインダーを混合し、その糊状混合物を用いて両者を仮接着し、1300～1700℃の温度で加熱して溶着させることを含む耐熱導電性接着方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はセラミックスのふたつの部材、特に導電性セラミックスどうしの接着方法に関する。

従来からセラミックスどうしの導電性接着の方法として(1)金属溶射法(メダリコン)、(2)モリブデン等の金属を水素などのガス中でセラミックス中に浸透させるメタライジング法、(3)無電解メッキ法、又は(4)銀又は白金ペーストによる接合又はこれらをセラミックスの表面に焼付けて金属面を

形成し、この金属面に半田又は銀ロウを介してセラミックスどうしを接着する方法が一般に用いられている。しかしこれ等の方法によつて形成された接着部分は空気中で高温にさらされると溶融、酸化し導電性の低下をきたす欠点がある。

この改善法として本発明の出願人は先に特許願53—3478で、金属硅素粉末又は硅素合金粉末と有機バインダーを混合し、その糊状混合物を用いて両者を仮接着し、1300～1500℃の温度で加熱し溶着させることを含む接合方法を出願した。

本発明は上記従来の接着方法は勿論のこと、先願の接合方法にも優る耐熱導電性と安定性を有する接着方法を提供するものである。

即ち、本発明は、Mo, W, Cr, Ta, Nb, V, Zr, Tiの群の中から、少くとも一つの金属硅化物粉末又は上記金属粉末と金属硅素粉末の混合物を直径150 μm以下の粉末とし、これと有機バインダーを混合して得た糊状混合物を用いてセラミックスどうしを仮接着し、1300～

1700℃で空气中又はアルゴン、窒素、真空中の雰囲気中で加熱して溶解させる接着方で、先願の接合法より更に良好な耐熱導電性と安定性を有する。更に加へて接着性を容易にするためには、導電性に支障なき範囲内で粘土、 $\text{SiO}_2$ などを添加することも可能である。

有機バインダーとしては、ポリビニルアルコール、メチルセルローズ、デンプンなどがあり、これらを水溶液として使用する。またかかる有機バインダーの添加量は糊状混合物の重量当り0.1~2%が好ましい。

上記群の金属硅化物粉末又はこれら金属粉と金属硅素粉末の混合物に、有機バインダーを添加し糊状になるまで充分混合するが、この場合上記粉末材料の直径が150  $\mu\text{m}$ 以上であるとめらかな糊状とならず、被接着材の仮接着が困難で、特に微少部分や複雑な部分の接着には適さない。

このようにして得た糊状の混合物はセラミックスどうしの接着個所に、例えば篩塗り、スクリーン印刷などの手段により塗布することができる。

(3)

ミルで炭粉砕した。これを乾燥脱水後、この乾燥物70重量%、木節粘土10重量%及びポリビニルアルコール3%、水溶液を20重量%添加し攪拌撹拌機で1時間混合して糊状混合物を得た。次いで第1図に示すような絶縁端子4に貫通保持された直径3%、長さ40%の炭化硅素質端子1に、上記糊状混合物2を塗布した。次に別に用意した直径0.5%、長さ10%の線状炭化硅素発熱体3、を糊状混合物2に仮接着した後、約120℃で乾燥し、これを空气中1450℃で加熱溶解して、第2図に示す抵抗発熱型点火素子を得た。この素子は10W負荷時で1200℃に発熱し、1000時間経過後の抵抗変化は±8%以内で、接着部は亀裂剝離等の異状は全く無かつた。またこの素子全体を空气中1000℃の炉内に放置し、1000時間経過後の抵抗変化は-5%以下で、同じく接着部は異状が無かつた。

## 実施例2

粒子直径43  $\mu\text{m}$ 以下の金属モリブデン粉末50重量%と、23  $\mu\text{m}$ 以下の金属硅素粉末50

(5)

被接着材は糊状混合物の粘着力により相互に仮接着され、その後約120℃前後の温度で乾燥して糊状混合物をある程度固めることが好ましい。

最後に仮接着された被接着材を空气中又は、アルゴン、窒素、真空中で1300~1700℃の温度で加熱する。この加熱により有機バインダーは分解され、上記混合物が溶解してふたつの部材は接着する。

本方法により得られたセラミックスの接着個所は優れた耐熱性を有し、電気的にも良好な導電性を有し、加えて優れた接着面の安定性を示す。従つて本発明の接着方法は点火器における発熱体を端子に接合する場合などに好適である。特に、本出願人が先に出願した特許願52-156074「線状又は帯状の炭化硅素発熱体」において示した超小型の炭化硅素発熱体の端子の接着に適している。

## 実施例1

粒子直径140  $\mu\text{m}$ 以下の $\text{MoSi}_2$ 1部(重量比)と水2部(重量比)を配合し、アルミナ質ボット

(4)

重量%を混合し、これらの混合物80重量%とメチルセルローズ2%水溶液を20重量%を、攪拌撹拌機で1時間混合して糊状混合物を得た。これを第1図、第2図の順で素子を形成し、アルゴンガス中1450℃で加熱溶解して良好な耐熱導電性を有する点火素子を得た。

## 実施例3

$\text{WSi}_2$ とあらかじめ粗粉砕し、粒子直径220  $\mu\text{m}$ 以下のものを80重量%とポリビニルアルコール2%水溶液20重量%を攪拌撹拌機で粉砕混合し、粒子直径150  $\mu\text{m}$ 以下の糊状混合物を作り、実施例1、2と同様、第1図、第2図の順で素子を形成し、真空中1600℃で加熱した。この素子の自己発熱1200℃における1000時間経過後の抵抗変化は±8.5%以内であつた。またこの素子全体を空气中1000℃の炉内に放置し1000時間経過後の抵抗変化は+5%であつた。

次に本発明の接着法による第2図に示す形状の素子と、同形状の特許願53-3478による接

(6)

合法、および従来法の中から白金ペースト接合による同形状の素子との特性比較を次表に示す。

表

	本 発 明	特 許 願 53-3478 の 接 合 法	従 来 法 (白金ペースト接合法)
1200℃自己発熱1000時間後の抵抗変化	±8.5%	±15%	+40%
1000℃空気中炉内に1000時間放置後の抵抗変化	±5%	±7%	無限大
接合箇所の安定性 (亀裂、剥離率)	99~100%	85%	75%

上記のように本発明の接合法は、従来法は勿論のこと先願法にも優る耐熱導電性を有し、加えて接合面の安定性はほぼ100%に近い特性を示す。従来よりセラミックスどうしの接合には、耐熱、導電、安定性の諸問題があつてこれらの条件を満足する簡便且つ安価な接合法は無く、業界の強い要望もあつたが、本発明により従来の諸問題を一挙に解決し得たことは、各種高温技術の分野に多

大の利益をもたらすことができる。

更に加えて本発明に基づく耐熱、導電、安定性を有する糊状混合物は、本発明の発展的用途開発の一例として、セラミックス絶縁基板の表面に前記糊状混合物をスクリーン印刷し、これを焼付固着させることによつて従来品に優る耐熱導電性を有するプリント電気回路等を作ることにも可能である。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図および第2図は本方法を適用した各具体例を説明するための斜視図である。

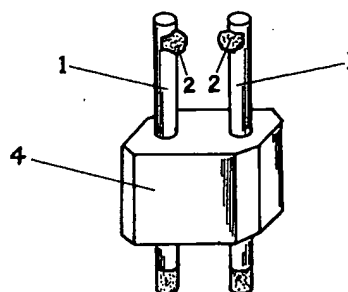
- 1 ..... 炭化硅素質耐子      2 ..... 糊状混合物      2字訂正  
3 ..... 炭化硅素発熱体      4 ..... 絶縁磚子

特許出願人 東海高熱工業株式会社

(7)

(8)

第1図



第2図

